

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-230490  
(43)Date of publication of application : 07.09.1993

(51)Int.Cl. C10M169/04  
//C10M169/04  
C10M109:00  
C10M143:06 )  
C10N 20:00  
C10N 20:02  
C10N 30:00  
C10N 40:32

(21)Application number : 04-072958 (71)Applicant : SHOWA SHELL SEKIYU KK  
(22)Date of filing : 24.02.1992 (72)Inventor : INOUE SHIGERU  
SHINOHARA HIROYASU

## (54) BIODEGRADABLE CHAIN OIL

## (57)Abstract:

PURPOSE: To obtain the title oil which little has possibility of causing water and soil pollution and can be used in both summer and winter, by mixing a vegetable oil and an additive each in a specified amount so as to provide a specified percentage biodegradability and a specified viscosity index.

CONSTITUTION: The title oil consists of 80-98wt.% vegetable oil (e.g. rapeseed oil) and 2-20wt.% additive (e.g. thickening agent comprising polybutene) and has a percentage biodegradability, determined by the biodegradability test, of 67% or higher and a viscosity index of 200 or higher.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 24.02.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 16.01.2001

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-230490

(43)公開日 平成5年(1993)9月7日

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>  
C 10 M 169/04  
// (C 10 M 169/04  
109:00  
143:06)  
C 10 N 20:00

識別記号 庁内整理番号  
9159-4H  
Z 8217-4H

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数1(全5頁) 最終頁に続く

(21)出願番号

特願平4-72958

(22)出願日

平成4年(1992)2月24日

(71)出願人 000186913

昭和シェル石油株式会社

東京都千代田区霞が関3丁目2番5号

(72)発明者 井上 茂

東京都千代田区霞が関3丁目2番5号 昭

和シェル石油株式会社内

(72)発明者 桑原 弘康

東京都千代田区霞が関3丁目2番5号 昭

和シェル石油株式会社内

(74)代理人 弁理士 友松 英爾 (外1名)

(54)【発明の名称】 生分解性チェンオイル

(57)【要約】

【目的】 本発明の目的は、無公害型チェンオイルを提供する点にある。

【構成】 植物系油80～98wt%および添加剤2～20wt%からなり、生分解性試験による生分解率が67%以上で、粘度指数が200以上であることを特徴とする生分解性チェンオイル。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 植物系油80～98wt%および添加剤2～20wt%からなり、生分解性試験による生分解率が67%以上で、粘度指数が200以上であることを特徴とする生分解性チェンオイル。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、生分解性チェンオイルに関する。

## 【0002】

【従来技術】木の伐採、植木の移設等で木材の切断にチェンソーが用いられる。チェンソーとバーの潤滑剤としてこれまで鉱油系が使用され、その殆どが鋸屑と共に飛散する。近年このチェーンオイルが水質汚濁、土壤汚染等の問題の原因となりつつある。

## 【0003】

【目的】本発明の目的は、無公害型チェンオイルを提供する点にある。

## 【0004】

【構成】本発明は、植物系油80～98wt%および添加剤2～20wt%からなり、生分解性試験による生分解率が67%以上で、粘度指数が200以上であることを特徴とする生分解性チェンオイルに関する。「生分解性」の評価基準はC. E. C. (欧洲企画諮問委員会)の評価基準に基づいて67%以上の生分解率を有すれば、充分無公害性を有することができる。前記植物系油としては、ナタネ油、大豆油、ゴマ油、ヒマシ油等を挙げることができるが、ナタネ油と大豆油が特に好適である。添加剤としては増粘剤、酸化防止剤など通常のものが使用できる。増粘剤としてはポリブテンなどのポリマーが代表的であるが、いずれも生分解性のものを使用することが好ましい。

【0005】前記「生分解性」の測定はC E C L-3 3-T 8 2 (Biodegradability of Two-Stroke Cycle Outboard Engine Oils in Water)に従って行ったものである。以下にC E C L-3 3-T 8 2について説明する。

## (1) 使用装置

1 リム付500ml容三角フラスコ(口径26cm)

2 純栓用綿

3 500ml容分液漏斗

注 使用するガラス器具は、洗剤で良く洗い、水道水で入念に洗剤を洗い流した後、蒸留水または脱イオン水で煮沸し、最後に有機溶剤で洗浄乾燥したものを使用する。

4 遠心分離器

5 超音波振動器 (140watts output at 20-40kHz)

6 振とう培養器

7 ダブルビーム赤外光度計

(2) 使用材料

## 1. 無機塩培地

溶液A :	KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub>	8.50(g/l)
-------	---------------------------------	-----------

K <sub>2</sub> HPo <sub>4</sub>	21.75
---------------------------------	-------

Na <sub>2</sub> HPo <sub>4</sub> · 2H <sub>2</sub> O	33.40
--	-------

NH <sub>4</sub> Cl	15.00
--------------------	-------

溶液B :	MgSO <sub>4</sub> · 7H <sub>2</sub> O	22.50
-------	---------------------------------------	-------

溶液C :	CaCl <sub>2</sub> · 2H <sub>2</sub> O	36.40
-------	---------------------------------------	-------

溶液D :	H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	0.75
-------	--------------------------------	------

FeSO <sub>4</sub> · 7H <sub>2</sub> O	3.00
---------------------------------------	------

10 ZnSO <sub>4</sub> · 7H <sub>2</sub> O	0.10
--	------

MnSO <sub>4</sub> · 4H <sub>2</sub> O	0.50
---------------------------------------	------

CuSO <sub>4</sub> · 5H <sub>2</sub> O	0.05
---------------------------------------	------

CoSO <sub>4</sub>	0.10
-------------------	------

(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> MoO <sub>4</sub> · 4H <sub>2</sub> O	0.05
--	------

注1. 水和物は、他の水和物あるいは無水物を同じ比率で使用しても良い。

注2. 溶液Dは沈殿を生じるので使用前に混和する。

無機塩培地は、溶液A, B, C及びD 1mlづつを蒸留水あるいは脱イオン水で1リットルにメスアップすることにより作製する。

## 2. キャリブレーション油

(i) di-iso-tridecyl adipate(DIPT)

(ii) White oil Enerpar M 2632

## 3. 種菌

種菌量は10°C FU/m以上必要とする。種菌は以下に示す方法で調製する。

a) 都市下水プラントの1次処理排水(有害物質を含む場合がある)

b) 都市下水プラントの2次処理排水

30 種菌は目の荒いろ紙によりろ過後12時間以内に使用する。ろ過処理後の種菌の濃度は、遠心分離また、メンブランフィルターにより調製する。それらのコロニー数を計数する。

## 4. 抽出溶剤

四塩化炭素を使用。四塩化炭素の使用が不可の場合1.

1. 2-trichlorotrifluoroethane(C<sub>2</sub>Cl<sub>3</sub>F<sub>3</sub>)を使用。

純度はヘキサデカンを対照としてIRで検定(HC含有1μg/g以下)

## 5. 潤滑油母液

40 試験潤滑油15gを抽出溶剤で100mlにメスアップ。キャリブレーション油も同様操作。

## 6. 対照溶液

キャリブレーション油母液50μlを抽出溶剤で25mlにメスアップ。

7. 塩化水銀水溶液(HgCl<sub>2</sub>) = 1g/100ml

8. 塩酸 1mol/l

9. NaCl

## 10. 注意事項

C-Hによる2930±10cm<sup>-1</sup>の吸収を持つきょう

50 雑物の混入は極力避ける。特にグリース、シリコーンな

ど。

(3) 試験方法

1. フラスコの調製

(i) オイル無添加フラスコは、150ml無機塩培地及び1mlの種菌より調製する。

(ii) 試験フラスコは、前記フラスコに試験潤滑油母液50μlを添加する。

(iii) キャリブレーションフラスコは、前記(i)の\*

\* フラスコにキャリブレーション油母液50μlを添加する。

(iv) 滅菌フラスコ(試験またはキャリブレーション油を含む)は、種菌を植菌せず、1ml塩化水銀溶液を添加することにより殺菌する。

(v) 各フラスコの試験は以下に示すスケジュールで行う。

時間 [days]	試験 フラスコ [本数]	滅菌 フラスコ	キャリブレ ーションフ ラスコ	滅菌キャリ ブレーションフ ラスコ	オイル無添 加フラスコ
0	3	—	3	—	2
(7)	(3)	(2)	(3)	(2)	—
21	3	2	3	2	—

括弧( )内はできれば行う。

2. 培養

0時間測定以外のフラスコは、綿栓をし、暗所、25°Cの条件下、振とう培養を行う。0時間のものは、溶液調製後1時間以内に抽出する。

3. 抽出

培養終了後、培養液を含むフラスコを超音波により処理(約5分間、20-40kHz at 140w)または、2000min<sup>-1</sup>でホモジエナライズしたのち、HC11mlとNaCl130gを添加し、NaClが溶解するまで混和する。内容物を分液漏斗に移し入れフラスコに正確に25ml抽出溶剤を添加し混和する。その後、抽出溶剤及び残存水相を分液漏斗に分注する。この時溶剤の蒸発を極力避ける。次に分液漏斗をよく振とうした後に2相を分離せしめる。別法として、抽出溶剤25mlをフラスコに添加し、激しく攪拌し、全量を分液漏斗に移し2相を分離せしめる。もし安定した乳化液となつたならば、疎水性ろ紙にろ過し(あるいは、Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>で脱水)、溶剤層の清澄部を光路長10mmのIRセルに分注する。

4. 赤外分析

前記抽出液はIRにより2930±10cm<sup>-1</sup>のCH<sub>3</sub>-CH<sub>2</sub>の吸収を測定する。

5. 計算方法

(i) 対照溶液のIR吸収を測定する。

(ii) オイル無添加フラスコの抽出液のIR吸収を測定する。ヘキサデカンを対照として炭化水素含量5μg/g以下になる。平均値をE<sub>neutral flask</sub>と表示する。

(iii) 0時間目のフラスコ抽出液のIR吸収を測定す

る。

(iv) [(iii)でのIR吸収] - [(ii)でのIR吸収の平均値]の算出

(v) (i)(ii)(iii)で得られた3点の平均値(X(E))、標準偏差(s)、変動係数(c v)を計算する。c v(5%以下となるように)は以下の式により求める。

$$c v = (s \times 100) / X(E) \leq 5\%$$

(iv) もしcvが5%を超なければ、(v)で決定したX(E)を後記(viii)の式に代入した場合、100%の値を与える。

(vi) (v)で求めたキャリブレーション油の平均値X(E)は(i)で測定した対照液に対して95-105%にならなければならない。

(vii) 試験油を含むフラスコでの抽出液のIR吸収(E<sub>flask</sub>)を測定し、以下の式に従い残油量を求める。

$$\text{残油量} (\%) = (E_{\text{flask}} - E_{\text{neutral flask}}) \times 100 / X(E)$$

(x) 生分解性は以下の式で求める。

$$40 \text{ 生分解性} (\%) = (P - T) / P \times 100$$

P = 滅菌フラスコでの残油量の平均値(%)

T = 試験油を含むフラスコでの残油量の平均値(%)

【0006】

【実施例】実施例のものは、ナタネ油に増粘剤として生分解性ポリマー3重量%を加えて作ったものであり、比較例1と2は、2種のナフテン系鉱油に増粘剤としてポリブテン0.5重量%を加えたものである。これらの物性は表1のとおりである。

【表1】

	実施例	比較例-1	比較例-2
外観	緑色透明	淡黄色	淡黄色
密度(15°C) g/cm <sup>3</sup>	0.92	0.95	0.92
引火点 °C	311	210	251
流动点 °C	-30.0	-27.5	-27.5
粘度 40°C (mm <sup>2</sup> /sec)	148.1	189.6	140.2
100°C	26.5	11.0	12.3
-10°C	2920	-	12900
粘度指数	216	-	72
銅板腐食 (100°C・3hr)	1a	1a	1a
反応	中性	中性	中性
全酸価 mgKOH/g	1.01	-	0.01
錆止め性能 (A法)	合格	中度	中度
温潤試験 (500h)	A	E	E
抗乳化性	40-37-3(15)	-	-
シェル 4球試験 1500rpm kgf	119	65	56
生分解性 (%) (CEC-L33-T82)	88.3	分解せず <sup>2</sup>	分解せず <sup>2</sup>

【表2】

生分解におけるオイル濃度 (μmg/1) の経時変化

	実施例	対照(キャブレーション油)
0時間	323.0	360.8
7日	43.8	247.5
21日	39.4	108.7

【表3】

生分解における残油率 (%) の変化

	実施例	対照(キャブレーション油)
7日	13.6	64.5
21日	12.2	30.2

【表4】

生分解率 (%)

	実施例	対照(キャブレーション油)
7日	87.2	24.9
21日	88.3	68.9

## 【0007】

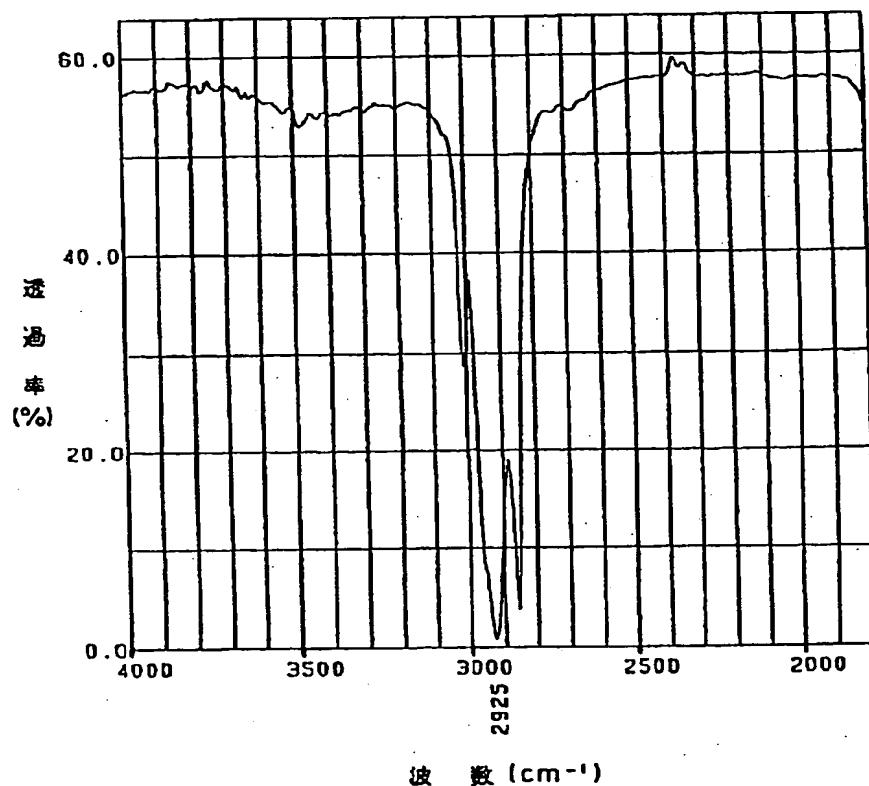
【効果】本発明のチェンオイルは生分解性(85%以上)を有する環境保全に効果のある潤滑油である。粘度指数が200以上と高く、その特性により夏、冬兼用で

使用可能になった。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明のチェンオイルのIR線図である。

【図1】



フロントページの続き

(S1) Int.C1.3

C 10 N 20:02

30:00

40:32

識別記号

府内整理番号

F I

技術表示箇所

Z 8217-4H